

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-037519

(43)Date of publication of application : 07.02.1990

(51)Int.Cl.

G11B 5/704
C08J 5/18
// C08L 71:00

(21)Application number : 63-185354

(71)Applicant : TEIJIN LTD

(22)Date of filing : 27.07.1988

(72)Inventor : KATO HIDEO
HAMANO HISASHI
HASEGAWA KINJI
NOMI NORIHIRO

(54) FILM FOR FLEXIBLE DISK

(57)Abstract:

PURPOSE: To allow use under conditions of a high temp. and high humidity by constituting the above film of a biaxially oriented thermoplastic polyether ketone resin film which is specified respectively in the coefft. of temp. expansion and coefft. of humidity expansion in all the directions within the plane and the surface roughness.

CONSTITUTION: The biaxially oriented thermoplastic polyether ketone resin film is used as the base film of the film for flexible disks to be coated and provided with a magnetic layer which can avert tracking errors, allows high-track density recording and has a high linear recording density. This resin film is so selected that the coefft. of them. expansion in all the directions within the plane of the film is $10 \times 10^{-6} - 30 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, the difference between the max. value and min. value of the coefft. of temp. expansion is $\leq 5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$, the coefft. of humidity expansion is $\leq 8 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$, the difference between the max. value and min. value of the coefft. of humidity expansion is $\leq 2 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$, and the surface roughness (CLA) is $0.005 - 0.05 \mu\text{m}$. The tracking errors under the conditions of the high temp. and high humidity are averted in this way.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-37519

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)2月7日

G 11 B 5/704

C 08 J 5/18

// C 08 L 71:00

CFA

7350-5D

8720-4F

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 フレキシブルディスク用フィルム

⑯ 特 願 昭63-185354

⑰ 出 願 昭63(1988)7月27日

⑱ 発 明 者 加 藤 秀 雄 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック研究所内

⑲ 発 明 者 浜 野 久 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック研究所内

⑳ 発 明 者 長 谷 川 欣 治 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック研究所内

㉑ 発 明 者 能 美 慶 弘 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社プラスチック研究所内

㉒ 出 願 人 帝 人 株 式 会 社 大阪府大阪市東区南本町1丁目11番地

㉓ 代 理 人 弁 理 士 前 田 純 博

明 細 書

1. 発明の名称

フレキシブルディスク用フィルム

2. 特許請求の範囲

面内のすべての方向における温度膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 30 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、該温度膨張係数の最大値と最小値の差が $5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下、温度膨張係数が $8 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$ 以下、該湿度膨張係数の最大値と最小値との差が $2 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$ 以下、表面粗さ(CLA)が $0.005 \sim 0.05 \mu\text{m}$ である二軸配向熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂フィルムからなるフレキシブルディスク用フィルム。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、フレキシブルディスク用フィルムに関し、更に詳しくは、トラッキングミス回避することができ、高トラック密度記録が可能で、線記録密度の高い、磁性層を塗設してなるフレキシブルディスク用のベースフィルムに関する。

(従来の技術)

フレキシブル磁気ディスクのトラッキングミス防止する方法としては、磁気ディスク記録再生装置自体に、温度変化を抑制する機構やトラック検出の特別な回路(例えばトラックサーボなど)を設けることが従来から知られている。しかし、これらの手段では、記録面再生装置が複雑になるので汎用的ではない。

実用上は、基材フィルム、磁気材料として、できるだけ膨張係数がディスクドライブの熱膨張係数に近く、かつ、湿度膨張係数が小さいものを選択することによって、トラッキングミス防止するようにしており、基材フィルムとしては、例えばポリエチレンテレフタレートフィルムなどが用いられていた。

(発明が解決しようとする課題)

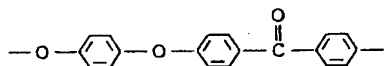
しかしながら、このようなフィルム磁気ディスクでも、高温(例えば 60°C 前後)及び/又は高温(例えば $80\% \text{RH}$ 前後)で使用すると、トラッキングミスが発生する。特に、低温(5°C 前後)な

いし低温(20%RH前後)の条件下で記録したフレキシブル磁気ディスクを高温(60℃前後)、高温(80%RH前後)の雰囲気中で再生すると、必ずといってよいほどトラッキングミスが発生してくる。このトラッキングミスによって、出力の低下が起こり、読み取りができないという問題は、未だ解決されていない。

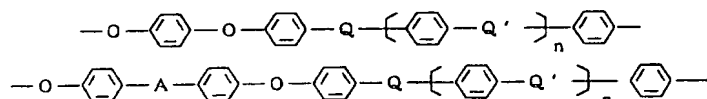
一方、線記録密度を高めるべく、磁性材料の改良や磁性層を基板の上に均一かつ薄く塗設する改良が試みられているが、トラック密度及び線密度を共に高めることにより、磁気記録が高密度化されてなるフレキシブルディスクは未だ知られておらず、それに適したベースフィルムも未だ知られていない。

本発明の目的は、使用可能な雰囲気条件温度、温度範囲を拡大し、高温、高湿の条件でもトラッキングミスが発生しないに改良し、かつ、磁気記録密度の高いフレキシブルな磁気記録媒体(ディスク)用のベースフィルムを提供することにある。(課題を解決するための手段)

または、



を単独で、あるいは、該単位と他の構成単位からなるポリマーである。この他の構成単位としては、例えば



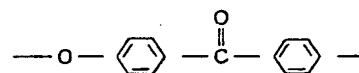
等が挙げられる。上記構成単位において、Aは直接結合、酸素、 $-\text{SO}_2-$ 、 $-\text{CO}-$ または二価の低級脂肪族炭化水素基であり、QおよびQ'は同一であっても相違してもよく $-\text{CO}-$ または $-\text{SO}_2-$ であり、nは0又は1である。これらポリマーは、特公昭60-32642号公報、特公昭61-10486号公報、特開昭57-137116号公報等に記載されている。

熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂には、流動性改良などの目的でポリアリーレンポリエーテル、

本発明者等は、上記目的を達成すべく鋭意検討を重ねた結果、温度膨張係数が特定範囲内にあり、かつ湿度膨張係数が低く、しかも両係数とも面内での最大値と最小値の差が小さく、更に特定範囲内の表面粗さを有しているポリエーテルケトン樹脂フィルムを用いればよいことを見出し、本発明に到達した。

即ち、本発明は、面内のすべての方向における温度膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 30 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、該温度膨張係数の最大値と最小値の差が $5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下、温度膨張係数が $8 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$ 以下、該湿度膨張係数の最大値と最小値との差が $2 \times 10^{-6}/\% \text{RH}$ 以下、表面粗さ(CLA)が $0.005 \sim 0.05 \mu\text{m}$ である二軸配向熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂フィルムからなるフレキシブルディスク用フィルムである。

本発明における熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂は、構成単位



ポリスルホン、ポリアリレート、ポリエステル、ポリカーボネート等の樹脂をブレンドしても良く、また安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤等の如き添加剤を含有させても良い。

熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂は、上述の通り、それ自体公知であり、且つそれ自体公知の方法で製造することができる。

上記熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂は、見かけの熔融粘度が温度380℃、見かけの剪断速度 200sec^{-1} の条件で、500ボイズ～10000ボイズ、更には1000～5000ボイズの範囲にあるものが、製膜性、フィルムの特性の点から好ましい。

本発明のポリエーテルケトン樹脂フィルムは、二軸配向されたものであり、温度膨張計数は、 $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 30 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは $15 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 25 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であることが必要である。磁気記録媒体であるフレキシブルディスクの駆動装置は、温度膨張係数の比較的小さいアルミニウムを主体として構成されており、該装置の温度膨張係数はおよそ $17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C} \sim 20 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ である。

従って、上記フィルムの温度膨張係数がこの範囲からはずれるとトラッキングミスが多発するようになる。また、該温度膨張係数の面内での最大値と最小値の差は、 $5 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 以下、好ましくは $3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 以下、更に好ましくは $2 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 以下であることが必要であり、この差は出来るだけ小さい方が好ましい。かかる温度膨張係数及び温度膨張係数差のポリエーテルケトン樹脂フィルムを得るには、延伸倍率を温度膨張係数が等方化するように設定し、熱固定温度を適切に選択すればよい。

更に、本発明のポリエーテルケトン樹脂フィルムは、湿度膨張係数が $8 \times 10^{-4}/\% \text{RH}$ 以下、好ましくは $5 \times 10^{-4}/\% \text{RH}$ 以下であり、該湿度膨張係数の面内での最大値と最小値の差が $2 \times 10^{-4}/\% \text{RH}$ 以下であることが必要である。この値は出来るだけ小さいことが好ましい。湿度膨張係数及びその最大値と最小値の差が大きくなりすぎると、トラッキングミスを防止することができなくなる。湿度膨張係数及び湿度膨張係数差を上記の

値以下とするには、延伸倍率を湿度膨張係数が等方化するように設定し、熱固定温度を適切に選択すればよい。

また、本発明のポリエーテルケトン樹脂フィルムの表面粗さは、両面とも、 $0.005 \sim 0.05 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.005 \sim 0.03 \mu\text{m}$ 、更に好ましくは $0.005 \sim 0.02 \mu\text{m}$ であることが必要である。ここで、表面粗さは、CLA (Center Line Average) JIS

B 0601に準じて測定した値である。この表面粗さが $0.005 \mu\text{m}$ 未満では、フィルムの生産時および/または磁性層を塗布する加工工程にてフィルム間の摩擦が大きくなり、取扱性が悪化して、フィルムにしわが生じ易くなるという問題があり、また表面粗さが $0.05 \mu\text{m}$ を超えると、フィルムの表面が粗くなりすぎ、フレキシブルディスクの電磁変換特性が悪化し製品として使用に耐え得ないものとなる。

表面粗さを上記範囲に調整する手段としては、熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂に実質的に不活性な個体微粒子をフィルム中に均一に分散させ、

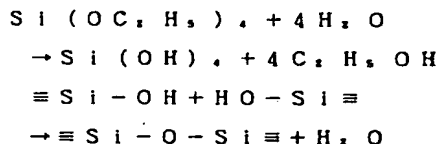
その粒径、含有量を調整すればよい。不活性個体微粒子は、外部添加微粒子でも内部微粒子でもよく、また、例えば有機酸の金属塩、無機物、特殊な樹脂などでもよい。好ましい不活性個体粒子としては、①炭酸カルシウム、②二酸化ケイ素（水和物、ケイ藻土、ケイ砂、石英等を含む）、③アルミナ、④ SiO_2 分を30重量%以上含有するケイ酸塩（例えば非晶質域は結晶質の粘土鉱物、アルミノシリケート化合物（焼生物や水和物を含む）、温石綿、ジルコン、フランクアッシュ等）、⑤Mg、Zn、Zr及びTiの酸化物、⑥Ca及びBaの硫酸塩、⑦Li、Na及びCaのリン酸塩（1水素塩や2水素塩を含む）、⑧Li、Na及びKの安息香酸塩、⑨Ca、Ba、Zn及びMnのテレフタル酸塩、⑩Mg、Ca、Ba、Zn、Cd、Pb、Sr、Mn、Fe、Co及びNiのチタン酸塩、⑪Ba及びPbのクロム酸塩、⑫炭素（例えばカーボンブラック、グラファイト等）、⑬ガラス（例えばガラス粉、ガラスビーズ等）、⑭ MgCO_3 、⑮ホタル石、⑯ZnS及び⑰シリ

コン樹脂が例示される。好ましいものとして、無水ケイ酸、含水ケイ酸、酸化アルミニウム、ケイ酸アルミニウム（焼成物、水和物等を含む）、磷酸リチウム、磷酸3リチウム、磷酸ナトリウム、磷酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化チタン、安息香酸リチウム、これらの化合物の複塩（水和物を含む）、ガラス粉、粘土（カオリン、ベントナイト、白土等を含む）、タルク、ケイ藻土、シリコン樹脂等が例示される。これらの不活性個体粒子の平均粒径は、通常、 $0.001 \sim 2 \mu\text{m}$ であり、好ましくは $0.05 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.2 \sim 0.8 \mu\text{m}$ である。また、これらの不活性個体粒子の含有量は、通常、熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂に対し0.005～3重量%であるが、0.01～1重量%、更には0.01～0.5重量%、特に0.05～0.3重量%が好ましい。

なお、上記の不活性個体粒子のうち、平均粒径が $0.01 \sim 2 \mu\text{m}$ 、粒径（長径/短径）が1.0～1.2である球状シリカ微粒子を、含有量が0.005～3.0重量%となるように単独又は粒径の異なる球

状シリカ粒径又は上記の他の不活性個体粒子と混合して、熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂に分散させた場合、あるいは、平均粒径が $0.01 \sim 2 \mu\text{m}$ 、 $f = V/D^3$ （ここで、 V は粒子の平均体積（ μm^3 ）、 D は粒子の平均体積（ μm ）を示す）で定義される体積形状係数（ f ）が $0.4 \sim \pi/6$ であり、一般式 $R_x\text{SiO}_{2-x}$ （ここで、 R は炭素数 $1 \sim 7$ の炭化水素基、 x は $1 \sim 1.2$ である）で表わされるシリコン樹脂微粒子を、含有量が $0.005 \sim 3.0$ 重量%となるように単独又は粒径の異なるシリコン樹脂微粒子又は上記の他の不活性個体粒子と混合して、熱可塑性ポリエーテルケトン樹脂に分散含有させた場合は、球状シリカ微粒子、シリコン樹脂微粒子とポリエーテルケトン樹脂との親和性が大きいので、二軸配向を行った際に粒子周辺にボイドが発生する頻度が少なく、フィルムの表面が平坦でも摩擦係数の小さいフィルムとすることができるので、特に好適である。この場合、球状シリカ微粒子については、実質的に球状であり、粒径分布がシャープで単分散に近い

9, P. 1503)。



一方、シリコン樹脂微粒子については、実質的に球状であり、その粒度分布がシャープで単分散に近いものが好ましく、その製法、その他に何ら限定されるものではない。特に、下記式で表わされる粒度分布（ r ）が $1 \sim 1.4$ であることが望ましい。

$$r = D_{25}/D_{75}$$

ここで、 D_{25} は粒子の積算重量%が25%のときの平均粒径（ μm ）でありそして D_{75} は粒子の積算重量%が75%のときの平均粒径（ μm ）である

球状シリコン樹脂微粒子は、

下記式（A）



ここで、 R は炭素数 $1 \sim 7$ の炭化水素基でありそして x は $1 \sim 1.2$ である。

いものが好ましく、その製法、その他に何ら限定されるものではない。特に、下記式で表わされる相対標準偏差が 0.5 以下であることが望ましい。

相対標準偏差 =

$$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_i - \bar{D})^2 / n}{\bar{D}}}$$

ここで

D_i : 個々の粒子の面積円相当径（ μm ）

\bar{D} : 面積円相当径の平均値（ μm ）

$$(\bar{D} = \sum_{i=1}^n (D_i) / n)$$

n : 粒子の個数

を表わす。

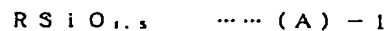
例えば、球状シリカ粒子は、オルトケイ酸エチル（ $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ）の加水分解から含水シリカ（ $\text{Si}(\text{OH})_4$ ）単分散球をつくり、更にこの含水シリカ単分散脱水球を処理してシリカ結合（ $\equiv \text{Si}-\text{O}-\text{Si} \equiv$ ）を三次元的に成長させることで製造できる（日本化学会誌 81, No

で表される組成を有する。

上記式（A）における R は炭素数 $1 \sim 7$ の炭化水素基であり、例えば炭素数 $1 \sim 7$ のアルキル基、フェニル基あるいはトリル基が好ましい。炭素数 $1 \sim 7$ のアルキル基は直鎖状であっても分岐鎖状であってもよく、例えばメチル、 n -プロピル、 iso -プロピル、 n -ブチル、 iso -ブチル、 $tert$ -ブチル、 n -ペンチル、 n -ヘプチル等をあげることができる。

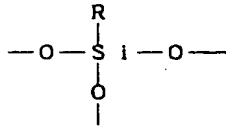
これらのうち、 R としてはメチルおよびフェニルが好ましく、就中メチルが特に好ましい。

上記式（A）における x は $1 \sim 1.2$ の数である。上記式（A）において x が 1 であるとき、上記式（A）は、下記式（A）-1



ここで、 R の定義は上記に同じである）で表わすことができる。

上記式（A）-1の組成は、シリコン樹脂の三次元重合体鎖構造における下記構造部分；



に由来するものである。

また、上記式(A)においてxが1.2であるとき、上記式(A)は下記式(A)-2



(ここで、Rの定義は上記と同じである)

で表わすことができる。

上記式(A)-2の組成は、上記(A)-1の構造0.8モルと下記式(A)'

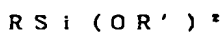


(ここで、Rの定義は上記と同じである)

で表される構造0.2モルとから成る理解することができる。

上記(A)'はシリコン樹脂の三次元重合体鎖における下記構造部分：

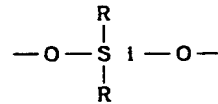
如きアミンの存在下、攪拌下に、加水分解および縮合せしめることによって製造できる。上記出発原料を使用する上記方法によれば、上記式(A)-1で表される組成を持つシリコン樹脂粒子を製造することができる。



(ここで、RおよびR'の定義は上記と同じである)

で表されるジアルコキシシランを上記トリアルコキシシランと一緒に併用し、上記方法に従えば、上記式(A)-2で表される組成を持つシリコン樹脂粒子を製造することができる。

このように、粒度分布が単分散に近く、かつ凝集することのない微粒子を含有する場合は、平坦で易滑なフィルムを得ることができ、特に好結果が得られる。これらの不活性個体微粒子をポリエーテルケトン樹脂と緊密に混合するには、これらの微粒子をポリエーテルケトン樹脂の重合中に重合釜中で、重合終了後ベレタイズするとき押出機中で、あるいはシート状に溶融押出しする際押出



に由来する。

以上の説明から理解されるように、上記式(A)の組成は、例えば上記式(A)-1の構造のみから実質的になるか、あるいは上記式(A)-1の構造と上記式(A)-2の構造が適当な割合でランダムに結合した状態で共存する構造から成ることがわかる。

球状のシリコン樹脂粒子は、好ましくは上記式(A)において、xが1~1.1の間の値を有する。

このシリコン樹脂粒子は、例えば、下記式 $\text{RSi}(\text{OR}')_2$

(ここで、Rは炭素数1~7の炭化水素基であり、そしてR'はアルキル基である)

で表わされるトリアルコキシシランまたはこの部分加水分解縮合物を、アンモニウムあるいはメチルアミン、ジメチルアミン、エチレンジアミン等の

機中で、該ポリエーテルケトン樹脂と十分に混練すればよい。

また、本発明のポリエーテルケトン樹脂フィルムは、フレキシブルディスクでのトラッキングミスを防止するうえで、温度60℃、相対湿度80%の雰囲気中で72時間処理した時の収縮率が、0.2%以下、好ましくは0.1%以下、更に好ましくは0.05%以下、最も好ましくは0.002%以下であることが望ましい。この収縮率が0.2%を超えると、高温高湿雰囲気でのフレキシブルディスクのトラッキングずれを防止するのが難しくなる。上記収縮率が0.2%以下のポリエーテルケトン樹脂フィルムを製造するには、未延伸フィルムを二軸延伸して、テンターにクリップで把持し緊張熱処理を施した後、更に縦横両方向に若干の弛緩熱処理を施せばよい。

(実施例)

以下、実施例により本発明を説明する。

なお、本発明における特性値の測定方法は次の通りである。

(1) 温度膨張率 (αT)

日本自動制御社製の定荷重伸び試験機 I T L 2 型を恒温恒湿槽内に置き測定を行う。測定サンプルは予め所定の条件(例えば70℃30分)で熱処理を施し、このサンプルを試験機に取付温度20℃・湿度60%RH(相対湿度)と温度40℃・湿度60%RHとの間で寸法変化を読取ることによって温度膨張率を測定する。このときの原サンプル長は、505 mm、サンプル巾は1/4インチである。測定時に加える加重は5 g/1/4インチ巾当りで一定とした。長いサンプルが得られない場合は、真空理工社製熱機械分析装置 T M - 3000 を用い測定することもできる。温度膨張率の最大値及び最小値の差 ($\Delta \alpha T$) をもとめる場合は、T M - 3000 を用いる。サンプルの寸法は長さ15mm、巾5mmであって、温度10℃・湿度0%RHと温度40℃・相対湿度0%における寸法変化を読取ることによって、温度膨張率の最大と最小との差 ($\Delta \alpha T$) を知ることができる。両者の測定法によって得られた値は完全に一致するから、いずれの測定法でも

よい。

(2) 湿度膨張率 (αH)

温度膨張率を求める場合と同様に日本自動制御社製の定荷重伸び試験機を用い、温度40℃・相対湿度90%の条件で予め処理を施した差を取付け、温度20℃・相対湿度30%と20℃湿度70%RHの間における寸法変化を読取ることによって湿度膨張率を求める。差が長くとれない場合は温度膨張測定時と同様に真空理工社製の熱機械分析装置を恒温恒湿槽に置き、前記条件のもとで測定を行った。湿度膨張率の最大値と最小値との差 ($\Delta \alpha H$) を求める場合も、温度膨張率の最大値と最小値との差 ($\Delta \alpha T$) を求める場合と同様にして測定する。この場合もいずれの方法によって得られる値も完全に一致する。

(3) トラッキングずれテスト (温度変化)

松下通信工業株式会社製の5 1/4インチ用フロッピーディスクドライブ J U - 5 8 1 (1.6 MB 用) を恒温恒湿槽に入れ、インターフェースを介して、東京エンジニアリング株式会社製のドロップイン・ドロ

ップアウトカウンター S K - 4 4 4 B に接続して、ミッシングパルスを測定した。

温度15℃湿度60%RHで安定後記録し、次いで温度40℃・湿度60%RHの条件で3時間経過したのち、再生し、出力50%以下又は30%以下のミッシングパルス有無を測定した。

50%以下のミッシングパルスがない場合を良、30%以下のミッシングパルスはないが50%以下のミッシングパルスがある場合を可、30%のミッシングパルスがある場合を不可とした。

(4) トラッキングずれテスト (湿度変化)

(3)項と同じ装置を用い、記録を温度25℃湿度20%RHで行い、再生を温度25℃湿度70%RHで行い、同様の判定を行った。

(5) トラッキングずれテスト (温湿度変化)

(3)、(4)項と同じ装置を用い、記録を温度15℃、湿度20%RHとし、再生を温度40℃、湿度70%RHで行い、同様の判定を行った。

(6) レゾリューション (分解能) テスト

松下通信工業株式会社製の5.25インチ用フロッピーデ

ィスクドライブ J U - 5 8 1 (1.6 MB 用) を東京エンジニアリング株式会社製フロッピーディスク試験装置 S K - 4 0 3 C に取付け、最内層トラックのレゾリューション〔2 F 再生出力値/1 F 再生出力値×100 (%)〕を測定した。標準ディスクのレゾリューションに対して、0.95以上を良、0.90以上0.95未満を可、0.90未満を不可とした。

(7) フィルムの表面粗さ

C L A (Center Line Average (中心線平均粗さ)) J I S B 0 6 0 1 に準じて測定した。東京精密株式会社製の触針式表面粗さ計 (S U R F C O M 3 B) を用いて、針の半径2 μ 、荷重0.07 g の条件下にチャート (フィルム表面粗さ曲線) をかかせた。フィルム表面粗さ曲線からその中心線の方に測定長さLの部分抜き取り、この抜き取り部分の中心線をX軸とし、縦倍率の方向をY軸として、粗さ曲線 $Y = f(x)$ で表わしたとき、次の式で与えられる値 ($R a : \mu m$) をフィルム表面の平坦性として定義する。

$$R a = (1/L) \int_0^L |f(x)| dx$$

本発明では、基準長を0.25mmとして8個測定し、値の大きい方から3個除いた5個の平均値としてRaを表わした。なお、測定は、フィルムの表と裏の両面について行った。

(8) 熱収縮率

フィルムサンプルに30cm間隔でしるしをつけて、60℃、80%RHの雰囲気の設定した恒温恒湿槽中に投入し、寸法変化を読み取ることによって熱収縮率を算出した。

(9) 総合評価

成形性、電気特性について総合的に評価し、いずれも極めて良好なものを◎、良好なものを○、不良なものを×で示した。

~~実施例~~
比較例 1～9、比較例 1～5

熱可塑性ポリエーテルケトン(ICI社製:ポリエーテルエーテルケトン 380G)に第1表に示す不活性粒子を第1表に示す割合で混合し、ブレンド後、押出機により380℃で押出し、80℃の温度に保持したキャストリングドラム上へキャストして未延伸フィルムを作成し、これを160℃で第

1表に示す縦方向及び横方向の延伸倍率にて二軸延伸して、更に第1表に示す温度で30秒間熱固定し、引きつづき250℃のオープン内で縦方向に3%の弛緩処理を施すことにより、厚さ75μmのフィルムを得た。(尚、自動車8では、3%の弛緩処理を省略した。)得られた特性は第1表に示す通りであった。

このようにして得られたフィルムに、下記組成の磁性塗布液を塗布し、2.0μmの厚さの磁性層を形成せしめた。

(磁性塗布液)

| | |
|--|--------|
| γ -Fe ₂ O ₃ | 200重量部 |
| 塩化ビニール-酢酸ビニル共重合樹脂 (UCC製VAGH) | 30重量部 |
| ポリウレタン(日本ポリウレタン工業製PP-88) | 20重量部 |
| イソシアネート化合物(日本ポリウレタン工業社製コロネートHL) | 40重量部 |
| ジメチルシロキサン | 2重量部 |
| トルエン | 70重量部 |

メチルエチルケトン 70重量部

シクロヘキサノン 70重量部

次いで、磁性層表面にカレンダローロール処理を施した後、5 1/4インチのディスクに打ち抜いた。それらのトラックずれテスト及びレゾリューションテストの結果は、第1表に示す通りであった。

(本頁、以下余白)

第 1 表 (その1)

| | | 比較例 1 | 実施例 1 | 実施例 2 | 比較例 2 | 実施例 3 | 比較例 3 | 実施例 4 |
|----------------------------|---------------------------|--------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| 微 粒 子 | 種 類 | 球状シリカ | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 |
| | 平均粒径 (μm) | 0.6 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 |
| | 添加量 (重量%) | 0.25 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 |
| | 粒径比 | 1.05 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 同 左 |
| 製 膜 条 件 | 延伸倍率 (縦/横) | 3.0×2.8 | 2.7×2.5 | 2.2×2.0 | 2.7×2.5 | 2.5×2.3 | 2.5×2.7 | 2.5×2.3 |
| | 熱固定温度 (°C) | 250 | 同 左 | 同 左 | 350 | 250 | 250 | 230 |
| フ ィ ル ム 特 性 | α_r (°/°C) | 9×10^{-4} | 11×10^{-4} | 28×10^{-4} | 32×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} |
| | $\Delta \alpha_r$ (°/°C) | 6×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 4×10^{-4} | 6×10^{-4} | 1.5×10^{-4} |
| | α_n (°/%RH) | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 8×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 7×10^{-4} |
| | $\Delta \alpha_n$ (°/%RH) | 3×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 3×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} |
| | CLA (μm) | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.018 |
| | 熱収縮率 (%) | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| デ ィ ス ク 特 性 | トラッキングずれテスト (温度変化) | 不可 | 可 | 可 | 不可 | 良 | 不可 | 良 |
| | トラッキングずれテスト (湿度変化) | 不可 | 良 | 良 | 不可 | 良 | 良 | 可 |
| | トラッキングずれテスト (温湿度変化) | 不可 | 可 | 可 | 不可 | 良 | 不可 | 可 |
| | レゾリューションテスト | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 |
| 総合評価 | | × | ○ | ○ | × | ○ | × | ○ |

第 1 表 (その2)

| | | 実施例 5 | 比較例 4 | 実施例 6 | 実施例 7 | 比較例 5 | 実施例 8 | 実施例 9 |
|----------------------------|---------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|
| 微 粒 子 | 種 類 | 球状シリカ | 球状シリカ | 同 左 | 同 左 | 同 左 | 球状シリコン樹脂 | 炭酸カルシウム |
| | 平均粒径 (μm) | 0.6 | 0.1 | 0.3 | 0.7 | 2.2 | 0.8 | 0.8 |
| | 添加量 (重量%) | 0.25 | 0.2 | 0.15 | 0.15 | 0.25 | 0.15 | 0.2 |
| | 粒径比 | 1.05 | 1.05 | 1.05 | 1.05 | 1.05 | 1.1 | 1.3 |
| 製 膜 条 件 | 延伸倍率 (縦/横) | 2.5×2.7 | 2.5×2.3 | 2.5×2.3 | 2.5×2.3 | 2.5×2.3 | 2.5×2.1 | 2.5×2.3 |
| | 熱固定温度 (°C) | 300 | 250 | 250 | 250 | 250 | 200 | 250 |
| フ ィ ル ム 特 性 | α_r (°/°C) | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} | 20×10^{-4} |
| | $\Delta \alpha_r$ (°/°C) | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} | 1.5×10^{-4} |
| | α_n (°/%RH) | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} | 4×10^{-4} |
| | $\Delta \alpha_n$ (°/%RH) | 1.8×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} | 1.2×10^{-4} |
| | CLA (μm) | 0.018 | 0.004 | 0.006 | 0.02 | 0.06 | 0.03 | 0.018 |
| | 熱収縮率 (%) | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.3 | 0.1 |
| デ ィ ス ク 特 性 | トラッキングずれテスト (温度変化) | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 | 可 | 可 |
| | トラッキングずれテスト (湿度変化) | 可 | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 | 良 |
| | トラッキングずれテスト (温湿度変化) | 可 | 良 | 良 | 良 | 良 | 可 | 良 |
| | レゾリューションテスト | 良 | 不可 | 良 | 良 | 不可 | 可 | 良 |
| 総合評価 | | ○ | × | ○ | ○ | × | △ | ○ |

比較例 6

ポリエチレンテレフタレートに平均粒径が0.6 μm 、粒径比が1.05の球状シリカを0.25重量%添加、混合し、次いで、押出機により290℃で押出し、40℃の温度に保持したキャストリングドラム上へキャストして未延伸フィルムを作成した。この未延伸フィルムを95℃で縦方向に3.6倍、横方向に3.9倍の延伸倍率で二軸延伸し、更に210℃で30秒間熱固定し、引きつづき150℃のオープン中で縦方向に2.5%の弛緩処理を施すことにより厚さ75 μm のフィルムを得た。

このフィルムに、実施例1と同様にして磁性層を形成し、5.25インチのディスクを作成して、トラックずれテスト及びレゾリューションテストを行った。

その結果、トラックずれテスト(温度変化)、(湿湿度変化)は可であり、レゾリューションテストは良であったが、トラックずれテスト(湿度変化)が不可であった。

(発明の効果)

本発明によれば、高温、高湿の条件下でもトラックミスが発生せず、かつ電磁変換特性の高いフレキシブルな磁気記録媒体(ディスク)を得ることができる。

代 理 人 弁 理 士 前 田 純 博



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.